

1764
050073

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of:

Tadahiro OHMI et al.

Serial No. 09/773,605

Filed: February 2, 2001

For: APPARATUS AND REACTOR FOR
GENERATING AND FEEDING
HIGH PURITY MOISTURE



Atty. Docket: SUGI0064

Group Art Unit:

Examiner:

Date: June 21, 2001

RECEIVED
JUL 13 2001
TC 1700

**SUBMISSION OF PRIORITY CLAIM AND PRIORITY DOCUMENT
IN ACCORDANCE WITH THE REQUIREMENTS OF RULE 55**

Assistant Commissioner for Patents
Washington, D. C. 20231

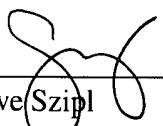
Sir:

It is respectfully requested that this application be given the benefit of the foreign filing date under the provisions of 35 U.S.C. 119 of the following, a certified copy of which is submitted herewith:

<u>Application Number</u>	<u>Country of Origin</u>	<u>Date Filed</u>
11-223548	Japan	August 6, 1999
11-338882	Japan	November 30, 1999

Respectfully submitted,

GRiffin & Szipl, PC



Joerg-Uwe Szipl
Registration No. 31,799

GRiffin & Szipl, PC
Suite PH-1
2300 Ninth Street, South
Arlington, VA 22204
Telephone: (703) 979-5700
Facsimile: (703) 979-7429
Customer No.: 24203

日本特許庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application:

1999年 8月 6日

出願番号
Application Number:

平成11年特許願第223548号

出願人
Applicant(s):

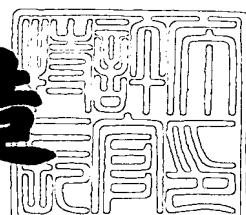
大見 忠弘
株式会社フジキン

RECEIVED
JUL 13 2001
TC 1700

2000年 8月 11日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2000-3062918

【書類名】 特許願
【整理番号】 P110407NP0
【提出日】 平成11年 8月 6日
【あて先】 特許庁長官 殿
【発明者】
【住所又は居所】 宮城県仙台市青葉区米ヶ袋2丁目1番17-301号
【氏名】 大見 忠弘
【発明者】
【住所又は居所】 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式会社フジ
キン内
【氏名】 川田 幸司
【発明者】
【住所又は居所】 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式会社フジ
キン内
【氏名】 皆見 幸男
【発明者】
【住所又は居所】 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式会社フジ
キン内
【氏名】 森本 明弘
【発明者】
【住所又は居所】 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式会社フジ
キン内
【氏名】 中村 修
【発明者】
【住所又は居所】 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式会社フジ
キン内
【氏名】 米華 克典
【発明者】
【住所又は居所】 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式会社フジ

キン内

【氏名】 マノハルラル・シュレスタ

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式会社フジ
キン内

【氏名】 池田 信一

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式会社フジ
キン内

【氏名】 成相 敏朗

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式会社フジ
キン内

【氏名】 平尾 圭志

【特許出願人】

【識別番号】 000205041

【氏名又は名称】 大見 忠弘

【特許出願人】

【識別番号】 390033857

【氏名又は名称】 株式会社フジキン

【代理人】

【識別番号】 100082474

【弁理士】

【氏名又は名称】 杉本 丈夫

【電話番号】 06-6201-5508

【選任した代理人】

【識別番号】 100084342

【弁理士】

【氏名又は名称】 三木 久巳

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 003263

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9721075

【包括委任状番号】 9720617

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 放熱式水分発生用反応炉

【特許請求の範囲】

【請求項1】 入口側炉本体部材2と出口側炉本体部材3を組み合わせて内部に空間部6を形成した反応炉本体1と、入口側炉本体部材2に穿設され空間部6に原料ガスを導入する原料ガス入口通路7と、この原料ガス入口通路に接続された原料ガス供給用継手9と、出口側炉本体部材3に穿設された空間部6から生成水を導出する水分ガス出口通路10と、この水分ガス出口通路10に接続された水分ガス導出用継手12と、前記炉本体部材2、3の外壁面に密着させたフィン基板17と、このフィン基板17に立設された多数の放熱用フィン18とから構成されることを特徴とする放熱式水分発生用反応炉。

【請求項2】 前記出口側炉本体部材3とフィン基板17の間にヒーター15とヒーター押え板16を介装させ、フィン基板17をヒーター押え板16に密着配置させた請求項1記載の放熱式水分発生用反応炉。

【請求項3】 前記放熱用フィン18を原料ガス供給用継手9又は水分ガス導出用継手12を中心に略中心対称又は略軸対称に配置した請求項1又は2記載の放熱式水分発生用反応炉。

【請求項4】 前記放熱用フィン18の表面をアルマイド加工して熱放射率を向上させた請求項1ないし3記載の放熱式水分発生用反応炉。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は主として半導体製造設備で用いられる水分発生用反応炉に関し、更に詳細には、水分生成反応によって発生する反応熱を放熱用フィンにより強制放熱させて安全温度域内で水分生成量を増大できる放熱式水分発生用反応炉に関する。

【0002】

【従来の技術】

水分発生用反応炉は高純度水を必要とする分野において使用されている。例え

ば、半導体製造工程における水分酸化法によるシリコンの酸化膜付では、標準状態に於いて 1000 c.c./分を越える超高純度水が必要とされる場合もある。

本件出願人は先に図6に示すような構造の水分発生用反応炉を開発し、各種の超高純度水の発生試験を行なっている。

【0003】

即ち、図6に示す水分発生用反応炉の反応炉本体1は、窓部2aを有する入口側炉本体部材2と窓部3aを有する出口側炉本体部材3とを溶接部4を介して一体化することにより組み立てられている。窓部2aと窓部3aにより囲繞形成される空間部6の内壁面では、所謂触媒反応による水分発生が進行する。

【0004】

入口側炉本体部材2の中央には原料ガス入口通路7が穿設され、その内側には入口側反射板8が、またその外側には原料ガス供給用継手9が配設されている。同時に、出口側炉本体部材3の中央には水分ガス出口通路10が穿設され、その内側には出口側反射拡散体11が、その外側には水分ガス導出用継手12が配設されている。尚、入口側反射板8及び出口側反射拡散体11は取付用ねじ5により固定されている。

【0005】

入口側炉本体部材2の内壁面にはTiN等の窒化物からなるバリヤー皮膜13aが形成されている。また、出口側炉本体部材3の内壁面には白金コーティング膜13が形成されている。この白金コーティング膜13はTiN等の窒化物からなるバリヤー皮膜13aの上に、蒸着工法やイオンプレーティング工法等による白金皮膜13bを固着して構成されている。白金コーティング膜13は原料ガスから水分ガスを生成する触媒作用を奏する。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

上記の水分発生用反応炉の作動を説明すると、原料ガスである水素ガスと酸素ガスを原料ガス供給用継手9から入口側反射板8を介して空間部6に導入する。原料ガスは入口側反射板8と出口側反射拡散体11により空間部6の全域へと分散され、白金コーティング膜13の触媒作用で水分生成反応が進行する。生成物

である水分ガス、即ち水蒸気と未反応原料ガスは水分ガス導出用継手12を通して次段の装置へと送出される。

【0007】

しかし、この水分発生用反応炉では、水分生成反応が発熱反応であるために、発生した反応熱により反応炉全体および水蒸気が過剰に加熱されるという欠点がある。例えば、水蒸気を1000cc/分の発生量で発生させたときには自己発熱により水蒸気温度が400~450℃に達する。水分発生量をさらに増すと、水蒸気温度が450℃を越えてしまい、水素ガスと酸素ガスの発火温度である560℃に近づき極めて危険な状態となる。

【0008】

この危険を回避するために、これまでこの種の水分発生用反応炉では水分発生量の上限を1000cc/分としなければならなかった。水分発生量を増すための方策として、反応炉を大きくすることも行なわれたが、サイズアップはコストアップを引き起こすだけでなく、反応炉の汎用性や使い易さを失なわせることにもなった。

【0009】

【課題を解決するための手段】

本発明は上記欠点を解消するためになされたものであり、本発明に係る放熱式水分発生用反応炉は、入口側炉本体部材と出口側炉本体部材を組み合わせて内部に空間部を形成した反応炉本体と、入口側炉本体部材に穿設され空間部に原料ガスを導入する原料ガス入口通路と、この原料ガス入口通路に接続された原料ガス供給用継手と、出口側炉本体部材に穿設され空間部から生成水を導出する水分ガス出口通路と、この水分ガス出口通路に接続された水分ガス導出用継手と、前記炉本体部材の外壁面に密着させたフィン基板と、このフィン基板に立設された多数の放熱用フィンとから構成される点に特徴を有する。

【0010】

また、前記出口側炉本体部材とフィン基板の間にヒーターとヒーター押え板を介装させ、フィン基板をヒーター押え板に密着配置させた放熱式水分発生用反応炉を提案する。

【0011】

前記放熱用フィンを原料ガス供給用継手又は水分ガス導出用継手を中心に略中心対称又は略軸対称に配置した放熱式水分発生用反応炉を提案する。

【0012】

更に、前記放熱用フィンの表面をアルマイド加工して熱放射率を向上させた放熱式水分発生用反応炉を提案する。

【0013】

【発明の実施の形態】

水分発生用反応炉の過剰な自己加熱を防止するために鋭意研究した結果、本発明者等は水分発生用反応炉の外壁面に多数の放熱用フィンを立設することによって過剰な温度上昇を抑制することに成功した。

その結果、水分発生用反応炉のサイズアップを行うことなく、水分発生量を1000cc／分から2000cc／分に増大することが可能となった。

【0014】

また、放熱用フィンの表面をアルマイド加工することによって放熱用フィンの熱放射率を向上させることに成功し、水分発生量を2500cc／分にまで増大化できることを確認した。

【0015】

以下、図面に基づいて本発明の実施態様を説明する。

図1は本発明に係る水分発生用反応炉の反応炉本体の縦断面図であり、図6と同一部分には同一符号を付してその構造を簡単に説明する。

【0016】

この反応炉本体1は入口側炉本体部材2、窪部2a、出口側炉本体部材3、窪部3a、溶接部4、取付用ねじ、空間部6、原料ガス入口通路7、入口側反射板8、原料ガス供給用継手9、水分ガス出口通路10、出口側反射拡散体11、水分ガス導出用継手12、白金コーティング膜13、バリヤー皮膜13a、白金皮膜13b、放熱体14、ヒーター15およびヒーター押え板16から構成されている。

【0017】

図2は放熱体14の平面図、図3は図2のI-I線断面図である。放熱体14はフィン基板17の表面に多数の放熱用フィン18を縦列状に立設して構成されている。中央には継手用透孔19を穿設し、この継手用透孔19から一辺に向けて切欠部20を設けている。また、フィン基板17の四隅には炉本体部材2、3へのボルト取付孔21が穿設されている。

【00018】

フィン基板17および放熱用フィン18の形状は、継手用透孔19を中心にして略中心対称に形成されている。

図2では切欠部20を形成しているために完全な中心対称性から外れているが、この略中心対称性により放熱体14の放熱特性の中心対称性を發揮させるものである。

【0019】

この中心対称性によって、中心から等距離にある直径上の2点の温度はほぼ等しくなるように設計される。入口側炉本体部材2および出口側炉本体部材3の放熱特性を中心対称化すれば、空間部6内の温度分布も中心対称化でき、水分生成反応を中心対称的に均一化して反応炉本体1内の局所的な高温化を防止できる。即ち、水素ガスや酸素ガスの局所的な発火を防止して、水分発生用反応炉の安全性を高め、長寿命化を達成することができる。

【0020】

図4は放熱体14を入口側炉本体部材2に固定した側面図で、図1は図4のII-II線断面図に対応する。

【0021】

放熱体14を入口側炉本体部材2に固定するには、継手用透孔19に原料ガス供給用継手9を挿通させ、フィン基板17を入口側炉本体部材2の外壁面に密着させ、その後ボルト取付孔21を介して図示しないボルトで締結する。

【0022】

放熱体14を出口側炉本体部材3に固定するには、ヒーター15およびヒーター押え板16を介して継手用透孔19に水分ガス導出用継手12を挿通させる。その後、フィン基板17をヒーター押え板16に密着させ、ボルト取付孔21を

介してボルトで締結する。

【0023】

本発明者等は放熱体14の熱放射率を高めるために、種々研究した結果、放熱用フィン18の表面をアルマイト加工することによって熱放射率を増大化できることを見い出すに到った。

【0024】

一般にアルマイト加工はアルミニウム又はアルミニウム合金の表面に酸化物の薄い膜を形成する加工法を称し、近年では着色アルマイト加工もできるようになっている。しかし、これらの一般的のアルマイト加工は耐食性や耐摩耗性を強化するためであり、熱放射率の増大効果は本発明者等によって見い出されたものである。

【0025】

アルマイト加工面積が大きいほど放熱体14の放熱特性は改善されるから、放熱用フィン18の表面だけでなく、フィン基板17の表面もアルマイト加工することが望まれる。

【0026】

本発明者等はアルマイト付き放熱用フィンとアルマイトなし放熱用フィンの放熱効果をみるため、放熱用フィンなしを加えた3種類の水分発生用反応炉の動作試験を行った。

【0027】

図5は出口側炉本体部材3の端面図であり、中心から1cm間隔で出口側本体に穴をあけ、内壁面から1mmの位置に5本の温度測定用熱電対P₁～P₅を配置し、下流側の空間部6の半径方向温度分布を測定した。また、周辺から3cmの位置には下流側温度を測定する温調用熱電対Pを配置して、ヒーター15の温調設定温度からどの程度ずれているかが分るようにした。また、この熱電対Pと対向する入口側炉本体部材2の位置でも上流側温度を測定した。

【0028】

水分発生条件はH₂ / O₂ = 10 / 6に設定され、酸素リッチの条件下で水分が生成された。酸素リッチの方が水分生成率が高くなり、未反応原料ガスを低く

押えることができるからである。測定結果は表1に示されている。熱電対P₁の測定温度は掲載されていない。

【0029】

【表1】

表1 水分発生用反応炉の温度測定結果

反応炉	ガス (SLM)	上流側 温 度 P (°C)	下流側 温 度 P (°C)	温调 設定 (°C)	下流中心から 5 cm P ₄ (°C)	下流中心から 4 cm P ₄ (°C)	下流中心から 3 cm P ₃ (°C)	下流中心から 2 cm P ₂ (°C)
放熱用フィンなし	N2 1	238	302	300	277	283	290	295
	H2O 1	315	376	—	380	384	377	371
	H2O 1.5	390	471	—	478	484	474	466
上下放熱用フィン付 (アルマイトなし)	N2 1	198	302	300	274	282	290	295
	H2O 2	287	406	—	427	436	418	403
	H2O 2.5	327	467	—	491	502	481	464
上下放熱用フィン付 (アルマイト20 μ m) 硬質アルマイト	N2 1	210	351	350	314	326	336	343
	N2 1	184	302	300	270	280	289	295
	H2O 2	234	356	—	379	389	369	353
	H2O 2.5	265	411	—	435	448	426	407
	H2O 3	295	466	—	493	509	482	461

【0030】

表1から分るように、下流側温度は温調設定された温度とほとんど一致しているから、ヒーター15による温調設定は有効に作用している。この温調設定は生成された水分を水蒸気として後続装置に送るために行なわれ、一例として300°Cに設定されたものである。また、上流側温度が下流側温度より低いのは、上流側、即ち入口側の空間部6では水分生成反応がほとんどないことを示す。

【0031】

出口側の空間部6では白金触媒により水分生成反応が進行するから、空間部6の温度が上下に分布する。中心から4cmの位置にある熱電対P₄がP₂～P₅の中で最も高温を示し、この位置で水分発生もしくは熱が集中しやすいことを意味する。水分発生量が大きい程、その位置での自己発熱が大きいからである。ここで水分発生量の単位はSLM、即ちリットル/分が用いられている。

【0032】

水分発生用反応炉の安全運転の上限温度を450°Cとすると、熱電対P₄が450°C以下になる水分発生量を安全運転域の水分発生量と定めることができる。

従って、フインなしでは1SLM、アルマイトなしフイン付では2SLM、硬質アルマイト付きフイン付では2.5SLMが水分発生量の上限となる。換言すると、フインなしに対して、フインを付けるだけで水分発生量を2倍にでき、アルマイト付きフインでは水分発生量を2.5倍に増大化できることが分った。

【0033】

前記アルマイトは厚み20μmの硬質アルマイトの場合であるが、厚み20μmの着色アルマイト（黒色）の場合や厚み5～50μmの硬質アルマイトの場合でも、熱電対P₂～P₅の指示温度は数°Cの範囲内で一致した。

【0034】

尚、表2は、水分発生量を2.5SLMとして、アルマイトの厚み及びアルマイトの種類を変えた場合の水分発生反応炉の温度測定結果を示すものである。

【0035】

【表2】

表 2 水分発生用反応炉の温度測定結果(2)

アルマイトの厚み、種類 (SLM)	ガス 5 cmP ₁ (°C)	下流中心から 4 cmP ₄ (°C)	下流中心から 3 cmP ₃ (°C)	下流中心から 2 cmP ₂ (°C)
硬質アルマイト 5 μm	H ₂ O 2.5 439	453	429	412
硬質アルマイト 10 μm	H ₂ O 2.5 437	451	428	410
硬質アルマイト 15 μm	H ₂ O 2.5 436	451	427	409
硬質アルマイト 50 μm	H ₂ O 2.5 435	448	425	406
着色アルマイト(黒) 20 μm	H ₂ O 2.5 433	445	424	405

【0036】

以上をまとめると、放熱用フィンを付けることにより放熱効果が得られ、温度分布の低温化を実現できる。逆に、水分発生量を約2倍に増大化できる。

また、放熱用フィンにアルマイト処理を施すことにより、熱放射率(輻射率)が向上し、アルマイトなしに対して約50°Cの低温化を図ることができる。水分

発生量では約2.5倍に増大化でき、アルマイトの種類や厚みに対する依存性は少ない。

【0037】

表1の結果は図面に示す中心対称に配置された放熱用フィンの場合であるが、略軸対称に配置された放熱用フィンでも同様の放熱効果が得られる。ここで軸対称とは例えば同心円状に放熱用フィンを配置した場合を指称する。軸対称配置では、前記した温度分布も軸対称性を有するようになり、水分生成の空間部6内での均一性を増すことができる。

【0038】

本発明は上記実施例や実施形態に限定されるものではなく、本発明の技術的思想を逸脱しない範囲における種々の変形例、設計変更などをその技術的範囲内に包含するものである。

【0039】

【発明の効果】

請求項1の発明によれば、放熱用フィンを通して水分生成熱を強制放射することによって、反応炉内の低温化を実現でき、また水分生成量の増大化を実現することができる。

【0040】

請求項2の発明によれば、ヒーターにより反応炉内を適温に保持することによって生成した水分を安定した水蒸気流として後続装置に導出することができる。

【0041】

請求項3によれば、放熱用フィンを略中心対称または略軸対称に配置しているから、反応炉内の温度分布の中心対称化または軸対称化を図ることができ、局所的高温化を防止して反応炉内での水分生成を安定且つ円滑に行うことができる。

【0042】

請求項4によれば、放熱用フィンの表面をアルマイト加工して熱放射率を向上したから、反応炉内の一層の低温化を実現でき、従って水分生成量の一層の増大化を実現することができる。

本発明は上述の通り優れた実用的效果を奏するものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】

図1は本発明に係る水分発生用反応炉の反応炉本体の縦断面図である。

【図2】

図2は本発明に係る放熱体の平面図である。

【図3】

図3は図2のI-I線断面図である。

【図4】

図4は放熱体を入口側炉本体部材に固定した側面図である。

【図5】

図5は出口側炉本体部材の端面図である。

【図6】

図6は従来の水分発生用反応炉の縦断面図である。

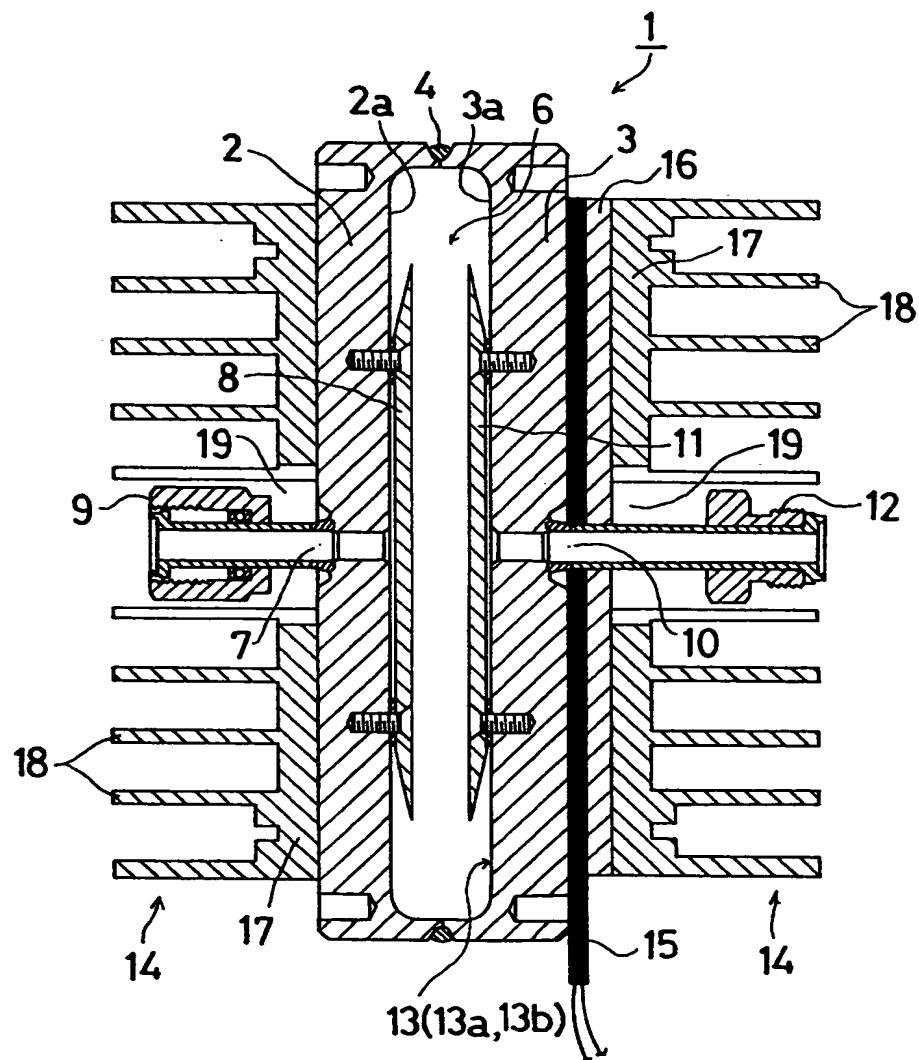
【符号の説明】

1は反応炉本体、2は入口側炉本体部材、2aは窓部、3は出口側炉本体部材、3aは窓部、4は溶接部、5は取付用ねじ、6は空間部、7は原料ガス入口通路、8は入口側反射板、9は原料ガス供給用継手、10は水分ガス出口通路、11は出口側反射拡散体、12は水分ガス導出用継手、13は白金コーティング膜、13aはバリヤー皮膜、13bは白金皮膜、14は放熱体、15はヒーター、16はヒーター抑え板、17はフィン基板、18は放熱用フィン、19は継手用透孔、20は切欠部、21はボルト取付孔、P₁～P₅は温度分布測定用熱電対、Pは温調用熱電対である。

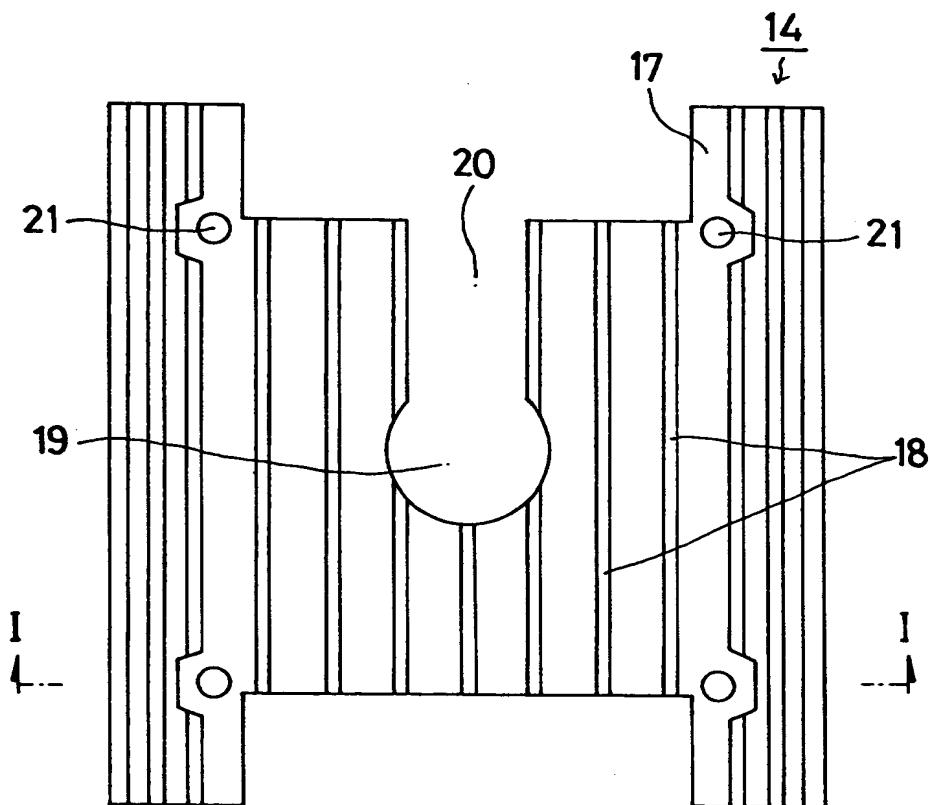
【書類名】

図面

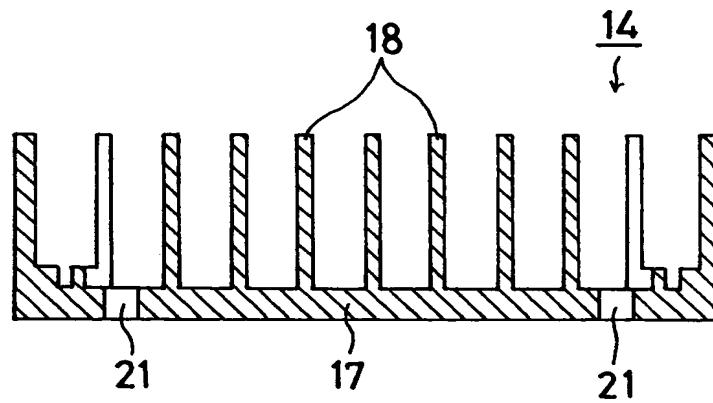
【図1】



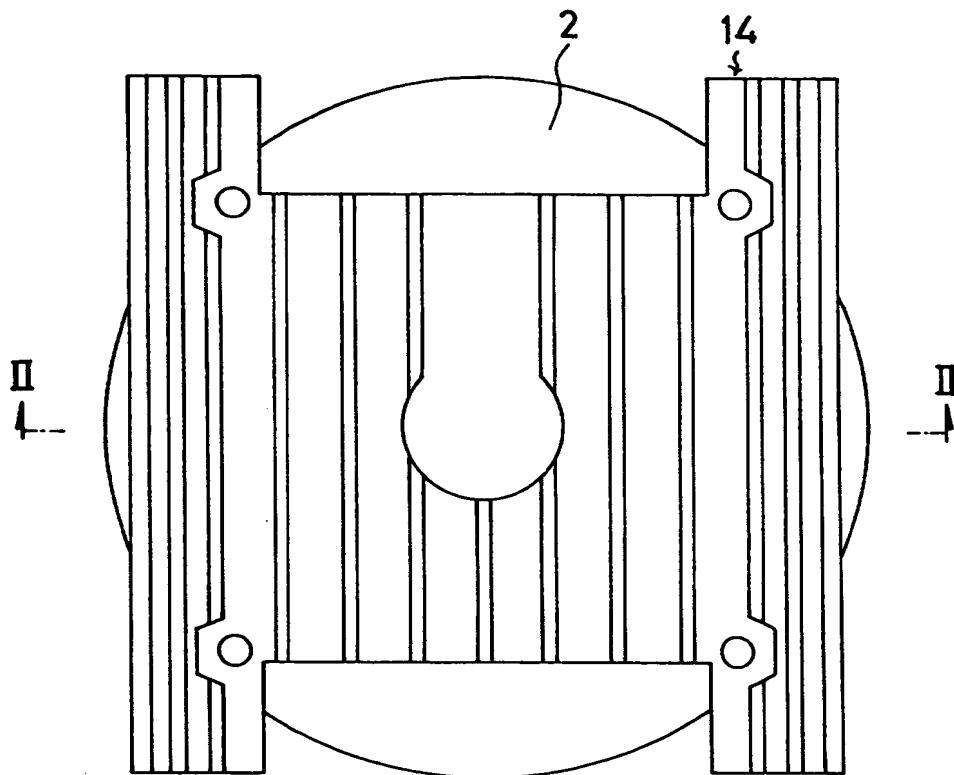
【図2】



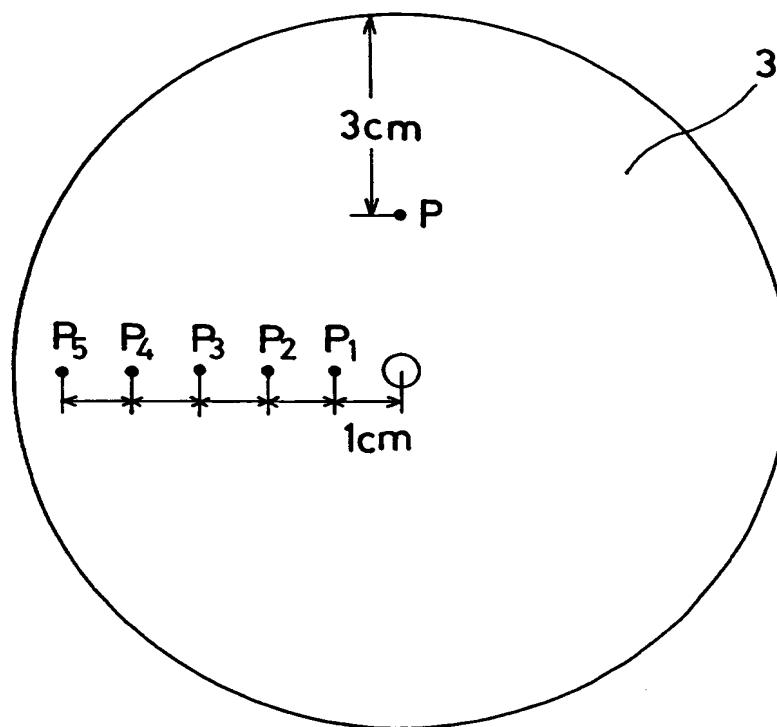
【図3】



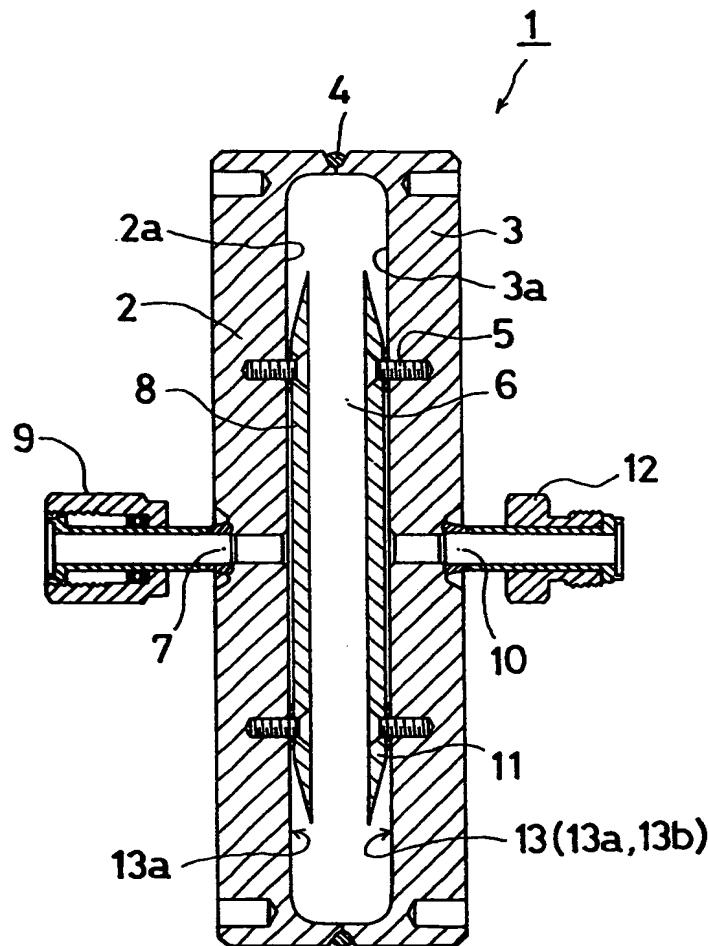
【図4】



【図5】



【図6】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 水分発生用反応炉の低温化を実現し、反応炉のサイズアップをすることなく水分発生率を増大化させる。

【解決手段】 本発明に係る水分発生用反応炉は、入口側炉本体部材2と出口側炉本体部材3を組み合わせて内部に空間部6を形成した反応炉本体1と、入口側炉本体部材に穿設され空間部に原料ガスを導入する原料ガス入口通路7と、この原料ガス入口通路に接続された原料ガス供給用継手9と、出口側炉本体部材に穿設された空間部から生成水を導出する水分ガス出口通路10と、この水分ガス出口通路に接続された水分ガス導出用継手12と、前記炉本体部材2、3の外壁面に密着させたフィン基板17と、このフィン基板に立設された多数の放熱用フィン18とから構成される。

この放熱用フィンにより発生熱を強制放射して反応炉を低温化させる。また放熱用フィンをアルマイト加工して熱放射率を大きくして放熱効率を一段と増大化させる。

【選択図】 図1

認定・付加情報

特許出願の番号	平成11年 特許願 第223548号
受付番号	59900764321
書類名	特許願
担当官	坪 政光 8844
作成日	平成11年 8月11日

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】	000205041
【住所又は居所】	宮城県仙台市青葉区米ヶ袋2-1-17-301
【氏名又は名称】	大見 忠弘

【特許出願人】

【識別番号】	390033857
【住所又は居所】	大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号
【氏名又は名称】	株式会社フジキン

【代理人】

【識別番号】	100082474
【住所又は居所】	大阪府大阪市中央区北浜2丁目1番21号 北浜 カタノビル 岩越・杉本特許事務所
【氏名又は名称】	杉本 丈夫

【選任した代理人】

【識別番号】	100084342
【住所又は居所】	大阪府堺市百舌鳥梅北町3丁125番地の211 三木特許事務所
【氏名又は名称】	三木 久巳

次頁無

出願人履歴情報

識別番号 [000205041]

1. 変更年月日 1990年 8月27日

[変更理由] 新規登録

住 所 宮城県仙台市青葉区米ヶ袋2-1-17-301

氏 名 大見 忠弘

出願人履歴情報

識別番号 [390033857]

1. 変更年月日 1990年11月30日

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号

氏 名 株式会社フジキン